PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

61-012791

(43)Date of publication of application: 21.01.1986

(51)Int.Cl.

C10M111/00 //(C10M111/00 C10M103:06 C10M105:70 C10M105:72 C10M107:38 C10N 30:06 C10N 50:10

(21)Application number : 59-131863

(71)Applicant: YUKA MERAMIN KK

NIPPON MOLYBDENUM KK

(22)Date of filing:

28.06.1984

(72)Inventor: TSURUTA MINORU

HIRAE TOSHIYUKI

(54) GREASE CONTAINING SOLID LUBRICANT

(57)Abstract:

PURPOSE: The titled grease, obtained by incorporating a lubricant consisting of a melamine (iso)cyanuric acid adduct, etc., in a specific amount in a grease, and having improved load resistance, lubrication performance, e.g. abrasion resistance and abrasion coefficient. CONSTITUTION: A grease obtained by incorporating (A)100pts.wt. grease with (B)1W20pts.wt. solid lubricant containing (i)100pts.wt. melamine (iso)cyanuric acid adduct and (ii)5W1,000pts.wt. substance selected from polytetrafluoroethylene, molybdenum disulfide and molybdenum dithiocarbomate.

EFFECT: Capable of exhibiting improved lubrication performance when used for hard metal, particularly steel based metal, etc.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

HIS PAGE BLANK (USPTO)

⑲ 日本国特許庁(JP)

⑩特許出願公開

◎ 公 開 特 許 公 報 (A) 昭61 - 12791

<pre>⑤Int Cl.⁴</pre>	識別記号	庁内整理番号		@公開	昭和61年(1986)1月21日
C 10 M 111/00 //(C 10 M 111/00		8217-4H 8217-4H			
103:06 105:70 105:72		7144—4H 7144—4H 7144—4H			
107:38) C 10 N 30:06 50:10		8217-4H 8217-4H 8217-4H	審査請求	未請求	発明の数 1 (全10頁)

劉発明の名称 固体潤滑剤含有グリース

②特 願 昭59-131863

20出 願昭59(1984)6月28日

砂発 明 者 鶴 田 実 東京都千代田区霞が関3丁目6番16号 日本モリブデン株 式会社内

砂発 明 者 平 江 俊 之 茨城県鹿島郡神栖町東和田14番地 油化メラミン株式会社

内

の出 願 人 油化メラミン株式会社 茨城県鹿島郡神栖町大字東和田14番地

⑪出 願 人 日本モリブデン株式会 東京都千代田区霞が関3丁目6番16号

社

砂代 理 人 弁理士 中谷 守也

明 細 相

1. 発明の名称

固体閥滑剤含有グリース

2. 特許請求の範囲

1) グリース 100 重量部に対して固体潤滑剤を 1~20 重量部合有せしめてなり、該固体潤滑剤がメラミン(イソ)シアヌル酸付加物 100 重量部に対して、ポリテトラフロロエチレン、二硫化モリブデン及びモリブデンシチオカーバメイトよりなる群から選ばれた固体潤滑剤を 5~1000 重量部の割合で併用したものであることを特敵とする固体潤滑剤含有グリース。

3. 発明の詳細な説明

本発明の目的は、耐荷重性、耐摩耗性及び(又は)原耗保数等の間滑性能の優れた固体間滑剤含有グリース、特に鋼系金属のような硬い金属に対して使用した場合にそれらの優れた潤滑性能を示す固体潤滑剤含有グリースを提供せんとするものである。

近年、産業機械及び装置等の高性能化、高効率

化及び小型経量化等にともない、それらに使用される潤滑剤に要求される性能が益々厳しくなつている。 たとえば、グリースについてもロングラン化、耐熱性の向上、耐荷重性の向上、及び摩擦係数の低下等の潤滑性能に対する要求が次第に過酷化しつつある。

本発明者等は、特に側系金属のような硬い金属に対して優れた関帯性能を示したを重ねた結果でリースを得る目的で、確な研究を重ねた結果でリースを得る目的で、ではかって、から、メラフロエチレン、二硫化モリブデから過ばによりたがあるとの間で含す。というでは、できるとの目的を達成できるとを知るない。

り、本発明に到達したものである。

すなわち、本発明の固体関骨剤含有グリースは、グリース 100 重量部に対して固体関骨剤を 1~20 重量部合有せしめてなり、該固体潤骨剤がメラミン(イソ)ンアヌル酸付加物 100 重量部に対して、ポリテトラフロロエチレン、二硫化モリブデン及びモリブデンシチオカーパメイトよりなる群から、選ばれた固体潤滑剤を 5~1000 重量部の割合で併用したものである。

中に固相として分散させたものを用いて反応させることによつても容易に得られる。メラミン(イソ)シアヌル酸付加物(メラミン1モル、イソシアヌル酸1モルの付加物は、示差熱分析により側定される昇華温度は約440℃の化学的に安定な化合物である(詳細は、特開昭54-141792号公報参照)。

本発明において用いるポリフロロエチレン、二 硫化モリプデン及びモリプデンシチオカーバメイトは、いずれも固体潤滑剤として既に知られており、市販品として容易に入手できる。以下において、本発明で用いるこの3種の固体潤滑剤を、メラミン(イソ)シアヌル酸付加物と区別するために「他の固体潤滑剤」と総称することがある。

本発明における固体潤滑剤を含有せしめるグリースとしては時に制限がなく、種々の基油から得られた種々のグリース、さらにそれらグリースに増稠剤、酸化防止剤、極圧剤、防欝剤、分散剤等種々の添加剤を添加したグリースは、いずれも本発明において使用することができる。

そのグリースの基油としては、たとえば鉱油、 オレフィン重合油、アルキル化芳香族油、ポリア ルキレンオキサイド重合油、ポリエーテル油、一 塩務酸若しくは二塩基酸のジエステル油、シリコ ーン油、その他種々の合成油等があげられる。

本発明の固体視滑剤含有グリースは、上述のよ うにグリースにメラミンと他の固体潤滑剤とを、 特定の割合において併用して含有せしめたもので

なお、メラミン(イソ)シアヌル酸付加物と他の固体潤滑剤とは、このように上記特定の割合の併用においてグリースに対し優れた潤滑性能向上効果を発揮するが、その併用割合と向上できる潤滑性能の種類との間には、他の固体潤滑剤の種類に応じて、下配のとおり若干の相違(ずれ)があ

る。

すなわち、(1) ポリテトラフロロエチレンは、メラミン(イソ)ンアヌル酸付加物 100 重量部に対して 5 ~ 1000 重量部の範囲内において固体潤滑剤を単独で用いるときと比較して耐摩耗性及び耐荷重性を向上でき、特に 10~ 300 重量部の範囲内においては耐(焼付)荷重性を向上でき、100~1000 重量部の範囲内においては摩擦係数を有効に低下させることができる。

また、(2) 二硫化モリブデンは、メラミン(イソ)シアヌル酸付加物 100 重量部に対して 5~100 重量部の範囲内において摩擦保数を有効に低下させることができ、30~1000 重量部の範囲内において耐(焼付)荷重性を向上できる。

さらに、(3) モリプデンジチオカーパメイトは、メラミン(イソ)シアヌル酸付加物 100 重量部に対して 5~1000 重量部の範囲内において摩擦係数を有効に低下させるととができ、30~1000 重量部の範囲内において耐(焼付)荷重性を向上でき、300~1000 重量部、及び約10 重量部の

範囲内において耐摩耗性を向上できる。

本発明の固体潤滑剤含有グリースには、できらに、必要に応じて上記した各成分以外の、種々の添加、関滑剤の分散性を高める等の目的で界面活性剤や表面処理剤を配合することができる。その界面活性剤や表面処理剤としては、たとえばアニオン性、カチオン性、非イオン性、両性等の界面活性剤、ステアリン酸ナトリウム、ステアリン酸亜鉛等の

金属石けん、脂肪酸エステル、脂肪酸アマイド、 高級アルコール、油脂等があげられる。とれらの 添加剤は2種以上の併用も可能である。

本発明の固体潤滑剤含有グリースは、既述のように耐荷重性、耐摩耗性及び摩擦係数等の潤滑性能の少なくともいずれかの性能において著しく改善されているから、その改善された性能に応じてそれに適する各種の機械や装置の潤滑剤として有利に使用することができる。

なお一般に、 潤滑剤性能は、たとえば摩擦条件 (たとえば速度、荷重、走行距離等)、接触形式

特開昭61-12791(4)

なお、イソシアヌル酸とシアヌル酸は互に異性体の関係にあり、通常市販されているシアヌル酸はケト型のイソシアヌル酸である。また、一般に市販されているメラミンシアヌル酸付加物はメラミンイソシアヌル酸付加物である。

次に実施例及び比較例をあげて、本発明をさら に詳述する。

実施例1

例2)、それぞれ配合して、三本ロールでよく混 練した。

得られた各グリース、及び実施例1において用いたグリースのみ(比較例3)について、実施例1において行なつたと同一の試験をした。その試験結果は表2に示すとおりであつた。

表 1

			固体偶滑育	固体潤滑剤の配合比				
	6 9∫		メラミンイソギ ^シ アヌル酸付加物 (重景部)	ポリテトラフロ ロエチレン (重 量部)	重量部に対する固体調滑剤 配合量(重量 部)			
	実験系	6 1	100	1 0	6			
実	•	2	100	30	6			
施例	,	3	100	100	6			
1	•	4	100	300	6			
	,	5	100	1000	6			
比	皎例]	L	100	0	6			
比	被例 2	S	0	100	6			
比	較例:	3	0	0	0 (グリースの み)			

平均粒径 2 ミクロン、 昇華温度約 440 ℃のメラミンイソンアヌル酸付加物 100 重盘部に対し、 市販の平均粒径が 3.5 ミクロンのポリテトラフロロエチレン粉末を装 1 に示す種々の割合で添加し、ポールミルで均一に混合した。 得られた各混合物を、 転がり軸受用リチウム石けんグリース(JIS K2220 1 種 2 号) 100 重量部に対し、 それぞれ6 重覺部ずつ加え、三本ロールでよく混練してグリース中に均一に分散させた。

得られた各箇体閥滑剤含有グリースを、改良型ファレックス及び曽田式四球試験機を用いて、焼竹荷重、合格限界荷重、及び摩耗等の各試験を行なつた。試験片の材質は両試験機とも鋼製試験片を使用した。その試験結果は表 2 に示すとおりであつた。

比較例1~3

比較のために、実施例1において用いたと同一のグリース100重量部に、メラミンイソシアヌル酸付加物のみを6重量部(比較例1)、又はポリテトラフロロエチレン粉末のみを6重量部(比較

	が	E C	実験/6.1	2	en •	4	. 5	数例1	(数例2	金金金	
á	改良ファレックス試験結果	(合格限界荷重)	ī	175 19	170 .	175 "	ı	163 kg	167	150 ,	
,	8E3 8E3	幾付荷重	11.0 kg/cml	ı	ı	ı	, v.	7.5 kg/cmt	8.0	5.5	
	曾田式四球試驗結果	摩耗低径摩	0.67 mm (0.69.0	0.70	0.68	0.68	0.7 2 100	0.72	0.73	
	3 条	類条数	0.097	0.097	0.082	0.091	0.083	0.115	0.093	0.2以上配行	

・日代未割定を示

特開昭61-12791 (5)

表2の注:

(1) 試験片は下配のものを使用した(以下の安 においても同様)。

ファレックス試験片:

V - ブロック AISI - 1137 鋼

回転ピン SAE-3135 鋼

曾田式試験片:

回転球、固定球とも JIS B 1501 玉軸受用鋼球

(2) 合格限界荷重とは、同一荷重で20分間走行させた際に焼付きを生じなかつた最大荷重をいう(以下の表においても同様)。

また、実施例1(実験 & 1)、比較例1~3 に おいて得られた各グリースについて、曽田式四球 試験機を用いた負荷油圧と摩擦係数との関係を試 験した。その結果は第1図に示すとおりであつた。

袋2及び第1図に示される結果から明らかなよ りに、メラミンイソシアヌル酸付加物とポリテト ラフロロエチレンを併用して配合した実施例1の グリースは、比較1のグリース(メラミンイソシ アヌル酸付加物のみを配合したグリース)、 比較例2のグリース(ポリテトラフロロエチレンのみを配合したグリース)、 及び 比較例3のグリース(グリースのみ)と較べて、 焼付荷重、 摩耗性及び 摩擦係数の各特性に おいて 優れており、 メラミンイソシアヌル酸付加物とポリテトラフロロエチレンとが優れた相乗効果を奏することがわかる。

爽施例2

平均粒径 2 ミクロンのメラミンイソシアヌル酸付加物 100 重盤部に対し、平均粒径 0.5 ミクロンの二硫化モリプデン (Mo S₂) の粉末を安 3 に示す各割合で調合し、ボールミルで均一に混合した。得られた各固体潤滑剤混合物を、転がり軸受用リチウム石けんグリース(JIS K2220 1 種 2 号)100 重量部に対してそれぞれ 6 重量部ずつ加え、三本ロールでよく混練して、クリース中に均一に分散させた。

得られた各グリースについて実施例1において 行なつたと同様の試験をした結果は姿4に示すと おりであつた。

比較例 4

比較のために、実施例2において用いたと同一のグリース100 重点部に、二硫化モリフデン粉末のみを6 重量部配合し、そのほかは実施例2におけると同様にしてグリースを製造し、同様にしてグリース性能を試験した。

その結果は表4に示すとおりであつた。なお、表4には比較例1及び比較例3の試験結果も併記した。

表 3

_			γ				
1			固体阀滑丸	固体潤滑剤の配合比			
	例		メラミンイソ シアヌル酸付 加物 (重量部)	二硫化モリブ デン(重量部)	豊部に対する園体 間滑剤配合量(重 量部)		
	爽験/	6 1	100	10	6		
奥	•	2	100	3 0	6		
施例	•	3	100	100	6		
2	•	4	100	300	6		
		5	100	1000	. 6		
此	較例 1		100	0	6		
比	較例 3	3	0	0	0		
					(グリースのみ)		
比	較例 4		0	100	6		

0.2以7起 岷 寐 0.085 摐 巌 級 絋 谻 Ē 猷 瘼 0.72 0.73 图 # 14 掛 Ħ kg/cg 相 Ę 癰 3 庖 1 0.0 7.5 ŧ Š 0.5 鈱 改良ファレックス試験結 裘 台格限界荷重 2 163 実験ル 壑 롮 壑 客 女 数 また、実施例2(実験系2)、比較例1、比較例3及び比較例4において得られた各グリースについて、曽田式四球試験機を用いた油圧と摩擦係数との関係を試験した。その結果は第2図に示すとおりであつた。

実施例3

メラミンイソンアヌル酸付加物 100 重量部に対し、モリブデンジチオカーバメイトを表 5 に示す 各割合で調合し、ボールミルで均一に混合したも

のを、軸受用リチウム石けんグリース (JIS K 2220 1 種 2 号) 100 重量部に対してそれぞれ 6 重散部ずつ添加し、三本ロールでよく混練してグリース中に均一に分散させた。

実施例 2

저 저 귀

得られた各グリースについて試験をした結果は 表6に示すとおりであつた。

比較例 5

比較のために、実施例3で用いたと同一のグリース 100 重量部に、平均粒径2ミクロンのモリブデンシチオカーバイト粉末のみを6重量部配合し、そのほかは実施例3と同様にしてグリースを調製し、同様の試験をした結果は表6に示すとおりであつた。なお、表6には比較例1及び比較例3のグリースの試験結果も併記した。

表 5

	例		固体潤滑育	グリース100重 量部に対する固体	
			メラミンイソ シアヌル酸付 加物 (重量部)	モリプデンジ チオカーパメ イト (重量部)	潤滑剤配合量 (重量部)
	実験/	61	100	10	6
寒	,	2	100	3 0	6
施例	,	3	100	100	6
3		4	100	300	6
	,	5	100	1000	6
比	蚊例	1	100	0	6
比	較例	3	0	0	0
			ļ		(グリースのみ)
比	皎例	5	0	100	6

Γ-	691	曾田式四球試験結果				
L	<i>D</i> 9	焼付荷瓜	摩耗疲径	摩擦保数		
	突験系1	9 kg/cal	0.6 _. 1 mm	0.0037		
爽	, 2	125< 1	0.66	0.0033		
施例	* 3	125< '	0.67	0.0 2 5		
3	• 4	1 0.5	0.61	0.038		
	7 5	1 0.5	0.60	0.030		
比	校例 1	7.5 kg/cm²	0.72 mm	0.115		
比(較例3	5.5	0.73	0.2以上焼付		
比!	餃例 5	9.5	0.64	0.039		

また、実施例3(実験 & 3)、比較例1、比較例3及び比較例5において得られた各グリースについて、曽田式四球試験機を用いた油圧と摩擦係数の関係について試験をした結果は第3図に示すとおりであつた。

表 6 及び第 3 図に示される結果から明らかなよ りに、メラミンイソシアヌル酸付加物とモリブデ

をした結果は 表 8 に示すとおりてあつた。 比較例 6 ~ 8

比較のために、実施例4において用いたと同一のグリース100 重量部に、メラミンイソシアヌル酸付加物のみを5 重量部(比較例6)、又は二硫化モリブデン粉末のみを5 重量部(比較例7).それぞれ配合して、三本ロールでよく混練した。

得られた各々のグリース、及び実施例4において用いたグリースのみ(比較例8)について、実施例4において行なつたと同一の試験をした。その試験結果は表8に示すとおりであつた。

ンジチオカーパメイトとを併用して配合した実施例3のグリースは、比較例1のグリース(メラミンイソンアヌル酸付加物のみを配合したグリース)、比較例3のグリース(グリースのみ)、及び比較例5のグリース(モリブデンジチオカーパメイトのみを配合したグリース)と較べて、焼付荷重、摩託及び摩擦保数の各特性において優れており、メラミンイソンアヌル酸付加物とモリブデンジチオカーパメイトとが優れた相乗効果を突することがわかる。

奥施例 4

メラミンイソンアヌル酸付加物 100 重量部に対し、二硫化モリブデン (Mo S,) の粉末を表 7 に示す各割台で調合し、ボールミルで均一に混合した。得られた各固体潤滑剤混合物を、転がり軸受用ペントングリース(JIS K2220) 100 重量部に対し、それぞれ 5 重量部プラを加え、三本ロールでよく混練してグリース中に均一に分散させた。

得られた各固体潤滑剤含有グリースを、曽田式 四球試験機を用いて、焼付荷重及び摩耗の各試験

表

Ť	9 7]		固体稠滑剂	グリース100	
			メラミンイソ 二硫化モリ シアヌル酸付 デン (重要 加物 (重量部)		食量部に対する 固体機構剤配合 量(重量部)
ļ ·	実験ル	1	100	10	5
奥	•	2	100	30	5
施例	•	3	100	100	5
4	•	4	100	300	5
L.	•	5	100	1000	5
比	較例 6		100	0	5
比	比較例7		0	100	5
比	比較例8		0	0	(クリースのみ)

表 8

Γ	例		曾田式四球試験結果				
	79		焼付	荷重	摩耗疫径	摩擦係数	
	実験,	16 1	7.0	kġ/cnł	0.70 nm	0.0 5 1	
実	•	2	9.0	•	_	0.0 5 2	
施例	,	3	9. 5	•	0.68 *	0.049	
4	•	4	1 0.0	•	-	0.080	
	•	5	9.0	•	0.69 "	0.083	
比4	皎例 (5	7.0	kg/cml	0.71 mm	0.105	
比!	皎例 1	7	8.5	•	0.69 "	0.0 8 0	
比	绞例 8	3	6.0	•	0.74	0.2以上焼付	

表 8 及び第 4 図に示される結果から明らかなように、メラミンイソシアヌル酸付加物と二硫化モリブデンを併用して配合した実施例 4 のグリースは、比較例 6 のグリース(メラミンイソシアヌル酸付加物のみを配合したグリース)、比較例 7 のグリース(二硫化モリブデンのみを配合したグリース)、及び比較例 8 のグリース(グリースのみ)

10) それぞれ配合して、三本ロールでよく混練 した。

得られた各グリース、及び実施例 5 において用いたグリースのみ(比較例 1 1)について、実施例 5 において行なつたと同一の試験をした。その試験結果は表 9 に示すとおりであつた。

表 9

例	曾田式四球試験結果						
ν,	焼付荷重	摩耗疲径	摩擦係数				
実施例 5	1 0.5 kg/cml	0.105 пж	0.0 5 2				
比較例 9	9.5	0.650 "	0.069				
* 10	9.5	1.083	0.078-				
" 11	5.0 🖸	0.950 4	0.2以上娩付				

表9 に示される結果から明らかなよりに、メラミンイソシアヌル酸付加物とポリテトラフロロエチレンを併用して配合した実施例 5 のグリースは、比較例 9 のグリース(メラミンイソシアヌル酸付

と比べて焼付荷重、摩耗性及び摩擦係数の各特性 において優れており、メラミンイソンアヌル酸付 加物と二硫化モリフデンとが優れた相乗効果を奏 することがわかる。

実施例5

メラミンイソシアヌル酸付加物 100 重量部に対し、ポリテトラフロロエチレンの粉末を 300 重量部の割合で調合し、ボールミルで均一に混合した。得られた各固体潤滑剤混合物を、アルフアオレフイン油をベースにしたグリース 100 重量部に対し10 重量部加え、三本ロールでよく混練して、グリース中に均一に分散させた。

得られた固体稠滑剤含有グリースを、曽田式四球試験機を用いて、焼付荷重、摩耗及び摩擦係数の各試験をした結果は表9に示すとおりであつた。

比較例 9 ~ 1 1

比較のために、実施例 5 において用いたと同一のグリース 100 重量部にメラミンイソンアヌル酸付加物のみを 1 0 重量部(比較例 9)、又はポリテトラフロロエチレンのみを 1 0 重量部(比較例

加物のみを配合したグリース)、比較例100グリース(ポリテトラフロロエチレンのみを配合したグリース)、及び比較例11のグリース(グリースのみ)と比べて焼付荷重、摩耗性及び摩擦が数の各特性において優れており、メラミンイソンが優れた相乗効果を奏することがわかる。

4. 図面の簡単な説明

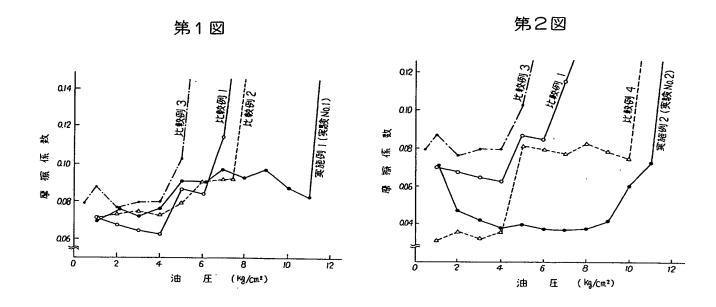
第1図、第2図、第3図及び第4図は実施例及び比較例で得られたクリースの油圧と摩擦係数の 関係を示す図面である。

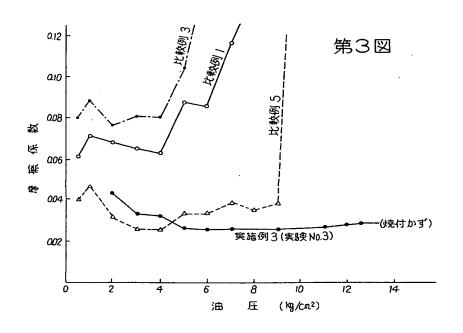
特許出願人 油化メラミン株式会社

ほか1名

代理人 弁理十中谷字







特開昭61- 12791 (10)

手 統 補 正 書

1和59年9月/7日

特許庁長官 志 賀

学 殿

1. 事件の表示

昭和59年特許顯第131863号

2. 発明 の名称

固体潤滑剤含有グリース

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

3 称 油化メラミン株式会社 ほか1名

4. 代 理 人

住 所 東京都港区赤坂二丁目12番14号 岡本ビル

電話 03 (585) 1496 氏 名 (7305) 弁理十 中 谷 守

(7305) 弁理士 中 谷 守

5. 補正命令の日付 (自発補正) 50, 9, 17 6. 補正の対象

(1) 明細書の「発明の詳細な説明」の欄

7.補正の内容

(別紙のとおり)

第4図 212 210 2008 (E) N(M) 大原唱歌 (E) N(M) (E) N

補正の内容

(1) 明細書第23頁の表6における実験 MC1の 摩擦係数の数値の「0.0037」を、「0.037」 と訂正し、同実験 MC2の摩擦係数の数値の 「0.0033」を、「0.033」と訂正する。